

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

Jc872 U.S. PTO  
09/933832  
08/22/01

(11)Publication number : 10-264257

(43)Date of publication of application : 06.10.1998

---

(51)Int.Cl.

B29C 65/42

B29C 70/06

C25D 3/66

// B29K101:10

B29K105:06

B29L 7:00

---

(21)Application number : 09-074080

(71)Applicant : SUMITOMO METAL IND LTD

(22)Date of filing : 26.03.1997

(72)Inventor : FUKUI KUNIHIRO

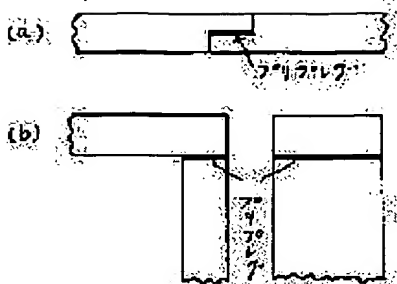
HIRAYAMA KATSURO

MIKI KEIJI

UCHIDA JUNICHI

---

(54) METHOD FOR JOINING THERMOSETTING LAMINATED RESIN BOARD



(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To enable a joint to be kept airtight for a long time even under a strongly corrosive high temperature environment by using a prepreg which is uncured before the laminate molding of a thermosetting laminated resin board, as a joint member and heating the joint under pressure.

SOLUTION: A prepreg is used as a joint member instead of an adhesive. A thermosetting resin is still uncured in the prepreg, so that the melt properties and the thermosetting properties of the resin are utilized for joining.

The species of resin contained in the prepreg to be used as the joint member is preferably the same as or of an identical type to the species of resin contained in a laminated resin board to be joined. In addition, the resin quantity of the prepreg and the state of a fibrous base material may vary depending upon the type of the prepreg to be used as a joining material and a thermosetting laminated resin board. After the prepreg is sandwiched between the joint faces, the joints of the two thermosetting laminated resin boards are thermally pressed, so that the thermosetting resin contained in the prepreg is caused to melt and then is thermally cured to join the resin boards.

---

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-264257

(43) 公開日 平成10年(1998)10月6日

(51) Int.Cl.<sup>8</sup>

識別記号

F I

B 2 9 C 65/42

B 2 9 C 65/42

70/06

C 2 5 D 3/66

C 2 5 D 3/66

B 2 9 C 67/14

G

// B 2 9 K 101:10

105:06

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 8 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号

特願平9-74080

(22) 出願日

平成9年(1997)3月26日

(71) 出願人 000002118

住友金属工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

(72) 発明者 福井 国博

大阪市中央区北浜4丁目5番33号 住友金

属工業株式会社内

(72) 発明者 平山 克郎

大阪市中央区北浜4丁目5番33号 住友金

属工業株式会社内

(72) 発明者 三木 啓司

大阪市中央区北浜4丁目5番33号 住友金

属工業株式会社内

(74) 代理人 弁理士 広瀬 章一

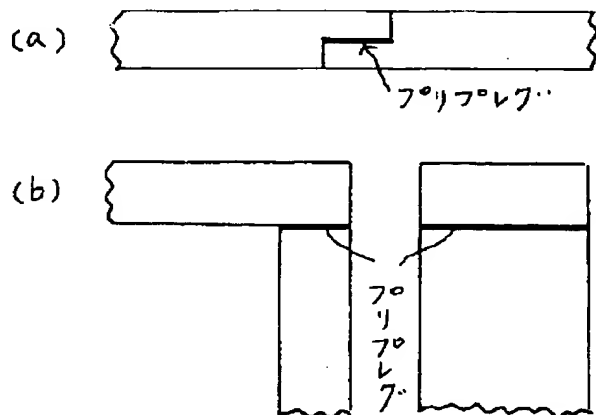
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 熱硬化型積層樹脂板の接合方法

(57) 【要約】

【課題】 ポリイミド系の熱硬化型積層樹脂板から溶融塩電気アルミニウムめっきの電解槽を製作することができるよう、強腐食性の高温環境でも接合部が劣化しない熱硬化型積層樹脂板の接合方法を提供する。

【解決手段】 2枚の熱硬化型積層樹脂板の接合面に、少なくとも1枚の未硬化の熱硬化性プリプレグを挟み、接合部を2Kgf/cm<sup>2</sup>以上の圧力に加圧しながらプリプレグ中の樹脂の溶融と硬化に必要な温度に加熱する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 プリプレグの積層成形により得られた熱硬化型積層樹脂板の接合面を、少なくとも 1 枚の未硬化のプリプレグを間に挟んで 2 Kgf/cm<sup>2</sup> 以上の圧力に加圧しながら未硬化プリプレグ中の樹脂の熔融と硬化に必要な温度に加熱することを特徴とする、熱硬化型積層樹脂板の接合方法。

【請求項 2】 前記プリプレグの樹脂成分が付加重合型熱硬化性ポリイミド樹脂である、請求項 1 記載の熱硬化型積層樹脂板の接合方法。

【請求項 3】 請求項 1 または 2 記載の方法により接合された熱硬化型積層樹脂板からなる容器。

【請求項 4】 請求項 1 または 2 記載の方法により接合された熱硬化型積層樹脂板からなる熔融塩電気めっき用電解槽。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、すでに積層成形により熱硬化した熱硬化型積層樹脂板の接合方法に関する。本発明の接合方法を採用することにより、腐食の問題から金属材料製の容器が使用できない、高腐食性の化学薬品が接触する容器や装置を製作することが可能となる。本発明の接合方法は特に、水の沸点以上、300℃以下の温度の強腐食性雰囲気下で使用される、大型および/または複雑形状の容器や装置、例えば、熔融塩電気アルミニウムめっき用の電解槽の製作に適している。

## 【0002】

【従来の技術】電気めっき設備の電解槽は、耐薬品性に優れた樹脂単体が、またはかかる樹脂で金属をライニングした材料から製作されることが多い。これは、電気めっき用電解槽には電気絶縁性が必要であることと、めっき液が一般に酸性またはアルカリ性であって、腐食性であるためである。

【0003】また、樹脂単体または樹脂ライニング金属材料は、電気めっき用電解槽だけではなく、腐食性の強い化学薬品の貯蔵容器といった、強腐食性環境下で使用される他の容器や装置の製作にも利用されている。

【0004】これらの材料のうち、金属を樹脂ライニングした材料は、電気めっき用の電解槽や薬品貯蔵用容器の製作に既に利用されている。しかし、ライニングに使用できる樹脂が限られている上、ライニングは複雑形状の容器には不向きであり、また樹脂ライニングが傷付くと下地の金属の腐食が避けられないので、容器の耐久性の点でも問題がある。

【0005】耐薬品性に優れた樹脂単体から容器を製造する場合、樹脂としては熱可塑性樹脂と熱硬化性樹脂のいずれも使用可能であるが、高温で使用される容器では、熱可塑性樹脂より耐熱性に優れている熱硬化性樹脂の使用が有利である。中でもポリイミド樹脂が耐熱性に優れていることは良く知られている。

【0006】大型容器用の樹脂には高強度が要求されるので、一般にガラス繊維などの強化用繊維を含有する繊維強化プラスチックが使用される。繊維強化プラスチックには、①繊維が短繊維のもの、②長繊維を 1 方向に揃えたもの、③マットや織物などの布状のもの、などがある。③の 1 種である熱硬化型積層成形樹脂板は、布状の繊維基材に熱硬化性樹脂を含浸させ、必要により乾燥して溶媒を除去した樹脂含浸繊維基材（プリプレグと呼ばれる）を積層し、加圧下に加熱して樹脂を熱硬化させると同時に一体化したものであり、繊維強化プラスチックの中でも強化繊維の割合が最も高くなるので、非常に高強度の材料となる。

【0007】含浸用樹脂として熱硬化性ポリイミド樹脂を用いたポリイミド系の熱硬化型積層樹脂板は、特に耐熱性や絶縁性に優れているので、プリント配線板の基板等として主に電気分野で使用されるようになってきた。また、樹脂が熱硬化性ポリイミドで、強化用繊維が炭素繊維である熱硬化型積層樹脂板は、耐熱性と強度が極めて高いことから、航空宇宙用の先端複合材料として研究されている。このようなポリイミド系の熱硬化型積層樹脂板には、硬化中に揮発性物質が発生しない付加重合型の熱硬化性ポリイミド樹脂、特にビスマレイミド系ポリイミド樹脂が主として使用されている。

【0008】熱硬化型積層樹脂板から容器を作製する方法としては、①前記のプリプレグを積層した後、積層体を金型に入れ、加圧下に加熱して、硬化と成形を同時に行う方法、および②既に硬化の終了した積層樹脂板を所定寸法に切断し、これを接合組立てして容器を作製する方法がある。

【0009】①の方法は一体成形であり、接合の必要はない。しかし、金型を必要とするので、例えば、電解槽のように少量生産品の製作には不利である。また、深い容器、大型容器、複雑形状の容器の作製も困難である。電解槽は一般に深く、大型であるので、①の方法は適していない。

【0010】②の方法は型を使用せずに容器を製作することができるが、接合手段に問題がある。樹脂が熱可塑性であれば、溶接、即ち、接合部または溶接棒（これは接合材と同種の樹脂からなる）を加熱して融着させる手法により確実に接合できる。この場合には、接合部は、周囲の成形体の材料と同一または同種の材料からなるので、接合部が特に耐薬品性や強度などの性能で劣っていることはない。

【0011】一方、熱硬化型積層樹脂板のように既に熱硬化した成形体の接合では、溶接で接合することはできないので、接着剤による接合か、間にパッキング材を挟んでボルト、ナット等により機械的に接合させるといった手段になる。

【0012】しかし、接着剤による接合では、容器に要求される接合部の気密性を必ずしも確保することができ

ない。また、接着剤の耐薬品性や機械的強度は、例えば熱硬化型積層樹脂板に比べると劣ることが多いので、強腐食性環境下で使用されると、接合部が腐食劣化して、気密性が低下し、漏れなどが起こることがある。この接合部の腐食劣化による気密性の低下は、パッキング材を使用した場合でも同様に起こりうる。即ち、これらの接合方法では、接合部に異質の材料が接合部材として存在するので、容器材料として耐薬品性や強度に優れた材料を選択しても、接合部の異質の材料が強腐食性環境下での使用中に劣化して、容器接合部の気密性が低下しがちである。

#### 【0013】

【発明が解決しようとする課題】 熔融塩電気アルミニウムめっきでは、例えば、塩化アルミニウムとアルカリ金属塩化物とを主体とする混合物からなる熔融塩中でめっきが行われる。従って、めっき液である熔融塩の腐食性が極めて強いことに加えて、めっき浴温も、電解質水溶液をめっき液とする通常の電気めっき（浴温は水の沸点未満、普通は80℃以下）に比べて著しく高い水の沸点以上、300℃以下となるので、電解槽は極めて腐食性の高い環境に曝される。

【0014】 例えば、前述したポリイミド系の熱硬化型積層樹脂板は、熔融塩電気アルミニウムめっきで曝されるような、強腐食性で高温(100～300℃)の環境にも十分に耐えることができる耐薬品性、耐熱性、強度等の特性を備え、絶縁性も良好である。しかし、この材料から熔融塩電気アルミニウムめっき用の電解槽を作製しようとしても、かかる環境下で容器の気密性を長期的に保証できるような接着剤が存在しないため、従来はこの樹脂板をポリテトラフルオロエチレン樹脂製のパッキング材で挟んで電解槽を組み立てるか、或いは非常に高価なセラミックス製の電解槽を採用していた。しかし、前者のパッキング材を挟んで機械的に接合する方法では、長期使用中に接合部の気密性が低下し、液漏れや電解電流のリークを生じていた。

【0015】 本発明は、熱硬化型積層樹脂板の用途拡大を目指し、上記のような強腐食性の高温環境下でも接合部の気密性を長期的に保持することができる、熱硬化型積層樹脂板の新規な接合方法を開発することを技術的課題とするものである。

#### 【0016】

【課題を解決するための手段】 本発明者らは、上記課題を解決するために検討を重ねた結果、接合部に介在させる接合部材として、接合すべき熱硬化型積層樹脂板の樹脂とは異質の接着剤やパッキング材ではなく、同質の材料、即ち、熱硬化型積層樹脂板を積層成形する前の未硬化の（即ち、熱硬化性の）プリプレグを使用し、積層成形と同様に加圧下で接合部を加熱してプリプレグ中の熱硬化性樹脂を溶融させて熱硬化させることにより、熱硬化型積層樹脂板と同質の材料からなる接合部を形成する

ことで解決できることを見出した。

【0017】 ここに本発明は、プリプレグの積層成形により得られた熱硬化型積層樹脂板の接合面を、少なくとも1枚の未硬化の（即ち、熱硬化性の）プリプレグを間に挟んで2Kgf/cm<sup>2</sup>以上の圧力に加圧しながら未硬化プリプレグ中の樹脂の溶融と硬化に必要な温度に加熱することを特徴とする熱硬化型積層樹脂板の接合方法である。

【0018】 好適態様にあつては、このプリプレグの樹脂成分が付加重合型熱硬化性ポリイミド樹脂である。本発明によれば、この方法により接合された熱硬化型積層樹脂板からなる容器、特に熔融塩電気めっき用電解槽も提供される。

#### 【0019】

【発明の実施の形態】 本発明は、熱硬化型積層樹脂板の接合方法に関する。前述したように、熱硬化型積層樹脂板は、プリプレグを積層成形したものである。積層成形用のプリプレグは、マット（不織布）、織物等の布状の繊維基材に、熱硬化性樹脂（未硬化のプレポリマー）の樹脂液（液状樹脂単味または樹脂溶液）を含浸させ、硬化温度より低温に加熱して溶媒を除去することにより製造される。プリプレグの状態では樹脂はまだ未硬化であるので、プリプレグを加熱すると樹脂が溶融し、硬化する。即ち、プリプレグは熱硬化性を有している。

【0020】 プリプレグの製造における繊維基材の樹脂含浸方法としては、樹脂液中に布状の繊維基材を含浸させる、或いは樹脂液を繊維基材に塗布するといった方法が普通である。

【0021】 繊維基材としては、最も一般的なガラス繊維の他に、炭素繊維、アラミド繊維で代表される高強度有機繊維、金属繊維、セラミックス繊維、紙なども使用できるが、コスト、強度、絶縁性を考慮すると、通常はガラス繊維が使用される。含浸用の熱硬化性樹脂としては、ポリイミド樹脂、エポキシ樹脂、フェノール樹脂、不飽和ポリエステル樹脂、メラミン樹脂などが例示される。

【0022】 本発明の接合方法が適用可能な熱硬化型積層樹脂板の種類は特に制限されず、接合により作製される製品（例、容器、各種の装置）に要求される特性や使用環境に応じて樹脂や強化用繊維の種類、繊維の状態、樹脂含浸量などを選択すればよい。

【0023】 例えば、熔融塩電気アルミニウムめっきの電解槽の場合には、耐熱性と良好な絶縁性が要求されるので、樹脂の耐熱性と絶縁性に優れたポリイミド系の熱硬化型積層樹脂板が一般に選択される。しかし、耐熱性がそれほど要求されない場合、例えば、強腐食性の化学薬品の貯蔵容器といった用途に対しては、エポキシ系などの熱硬化型積層樹脂板でも十分な場合がある。

【0024】 ポリイミド系の熱硬化型積層樹脂板に用いる熱硬化性ポリイミド樹脂としては、縮合型の全芳香族

ポリイミド樹脂より、それより耐熱性はやや低いが付加重合型のポリイミド樹脂の方が好ましい。縮合型ポリイミド樹脂は加熱硬化中に揮発性成分が発生するからである。

【0025】付加重合型ポリイミド樹脂の代表例はビスマレイミド系ポリイミド樹脂であるが、ナジック酸末端ポリイミド樹脂、アセチレン末端ポリイミド樹脂等も使用できる。ビスマレイミド系ポリイミド樹脂の具体例には、ポリアミノビスマレイミド樹脂、ビスマレイミド-ジアルキルビスフェノール系ポリイミド樹脂、ビスマレイミド-トリアジン系ポリイミド樹脂、これらの変性樹脂などが挙げられる。

【0026】プリプレグの積層成形は、プリプレグを数枚から数十枚重ね、熱プレスで加圧しながら加熱して、プリプレグ中の樹脂を溶融および硬化させることにより行われる。熱プレスにおける圧力、温度、熱プレス時間は、樹脂種やプリプレグの積層枚数に応じて選択される。例えば、樹脂が縮合型（例、フェノール樹脂）の場合には圧力が高く、付加型の場合には圧力は低い。また、圧力が高い場合には、加圧圧力を次第に増大させる方法が採用されることが多い。熱プレスにより樹脂を完全に硬化させると、本発明において接合に用いる熱硬化型積層樹脂板が得られる。

【0027】本発明に係る接合方法では、接着剤の代わりに、プリプレグを接合部材として使用する。プリプレグの状態では、熱硬化性樹脂がまだ未硬化であるので、その樹脂の溶融性と熱硬化性を接合に利用するのである。接合材として使用するプリプレグは、接合すべき熱硬化型積層樹脂板の製造に用いたのと全く同じプリプレグでもよいが、別のプリプレグを使用してもよい。

【0028】接合材として使用するプリプレグ中の樹脂種は、接合すべき積層樹脂板中の樹脂種と同一または同種のものであることが好ましい。しかし、プリプレグの樹脂量や繊維基材の形態は、接合材として用いるプリプレグと熱硬化型積層樹脂板とで異なってもよい。例えば、接合にはプリプレグ中の樹脂成分が溶融し、流れて、接合部の間隙を完全に充填する必要があるので、接合部にボイドが残らないように、熱硬化型積層樹脂板より樹脂量の多いプリプレグを使用することが好ましいこともある。

【0029】本発明に係る接合方法は次のようにして実施することができる。まず、2枚の熱硬化型積層樹脂板の接合部に、少なくとも1枚のプリプレグを挟む。接合部に挟むプリプレグの枚数は、接合に十分な樹脂量がプリプレグから供給されるように選択する。通常は2〜3枚程度が適当である。プリプレグの枚数があまりに多くなると、組立て時の寸法精度が悪くなる。

【0030】樹脂板の接合部の構造は接着剤による接合同様にすればよい。例えば、2枚の樹脂板の末端を平面状に平行に接合する場合には、端面同士を突き合わせ

接合するより、両者の接合末端を図1(a)に示すようなカギ型形状に加工して、平面と平行な接合面にプリプレグを配置することが好ましい。但し、接合部の形状は図示例に限るものではなく、他の形状も可能である。また、図示例において、平面と垂直方向の接合面にもプリプレグを配置してもよい。

【0031】容器の角のように、2枚の樹脂板を互いに垂直に接合する、即ち、一方の樹脂板の端面を他方の樹脂板の平面の末端（L型接合）または他の位置（T型接合）に接合する場合には、図1(b)に示すように、単独に接合面（即ち、一方の樹脂板の端面）にプリプレグを配置すればよい。しかし、この場合にも、接合面をカギ型その他の形状に加工することもできる。

【0032】接合面にプリプレグを挟んだ後、2枚の熱硬化型積層樹脂板の接合部を加圧しながら加熱して、プリプレグ中の熱硬化性樹脂を溶融させ、熱硬化させると、樹脂板の接合が達成される。加圧は、プリプレグ中の熱硬化性樹脂が加熱で溶融した時に、接合面が均一に樹脂で濡れるようにするために必要である。

【0033】このための加圧圧力（面圧）は2Kgf/cm<sup>2</sup>以上とする。圧力が2Kgf/cm<sup>2</sup>より低いと、溶融した樹脂が接合面に十分に広がらず、接合面が全体に均一に樹脂で濡れないため、接合強度が低くなる。圧力の上限は特に制限されず、15〜20 Kgf/cm<sup>2</sup>或いはそれ以上といった高い圧力も使用できるが、圧力が10 Kgf/cm<sup>2</sup>を超えると、圧力増加による接合強度の向上が少なくなるので、通常は10 Kgf/cm<sup>2</sup>以下とすることが好ましい。また、大型の容器等を組み立てる場合には接合面積が大きいので、装置や工具の都合上からも10 Kgf/cm<sup>2</sup>以下とすることが好ましい。

【0034】加圧手段は、所定の圧力を発生させ、一定時間保持できれば、特に制限されない。例えば、図1(a)に示すような平行接合では、クランプやプレス機を利用して行うことが、接合部に傷をつけることがないので好ましい。しかし、図1(b)に示すような垂直接合の場合には、このような加圧手段は採用しにくいので、図2に示すように、ビス（またはボルトとナット）を利用して、ネジこみトルクによる締付け力に加圧することができる。この時に、ビスは接合部を完全に貫通しない長さにする。ビスによる加圧力は、接合部面積に対するビスの数（間隔）と締付けトルクにより調整することができる。

【0035】接合部の加熱手段にも特に制限はない。この加熱は、接合部だけを局部的に熱風等で加熱することによって行ってもよいが、局部加熱すると加熱部の熱膨張により樹脂板の破損や接合部の破損を生じることがあるので、均熱炉を使用して樹脂板全体を均一加熱することが好ましい。

【0036】加熱温度は、接合材であるプリプレグ中の熱硬化性樹脂を溶融させ熱硬化させるのに十分な温度で

あればよい。樹脂が熱硬化性ポリイミド樹脂である場合には、150～230℃の範囲内が好ましく、より好ましくは160～210℃、特に200℃前後である。150℃より低温では樹脂が十分溶解しないため、接合面が樹脂で十分に濡れず、樹脂の硬化反応も不完全であるので、十分な接合強度を得ることが困難となる。加熱温度が230℃を超えても、接合は可能であるが、接合強度はそれ以上に増大せず、加熱コストが高む。

【0037】加圧下での接合面の加熱温度は、10分間程度保持できれば接合は可能であるが、加熱温度の保持時間が1時間程度になると安定した接合強度を得ることができる。大型の容器やめっき電解槽の場合には、強度確保のために樹脂板の厚みも通常は厚くなるので、接合部の内部まで均一に加熱して、最大の接合強度を得るため、さらに長時間の加熱を行ってもよい。また、容器が大型の場合には、加熱の昇温、降温過程での熱歪みから接合部や樹脂板に無理な応力がかかり、亀裂の発生することがあるので、例えば8～24時間といった長時間をかけて、緩やかな加熱処理を行うことが好ましい。

【0038】ビスにより加圧した場合には、接合が終了した後、接合部からビスを抜取っても、そのまま残しておいてもよい。ビスを残しておけば、ビスによる機械的な接合も加わり、接合強度は著しく高くなり、特に接合部の耐衝撃性が向上する。しかし、例えば、熔融塩電気アルミニウムめっき用の電解槽のように、接合した製品が強腐食性環境で使用される場合には、使用中にビスが腐食するので、ビスを抜取るか、或いはビスを残す場合には、図3に示すように、ビスを埋め込みネジ型のものとし、ネジの頭上の穴にプリプレグのシートを配置し、適宜手段(例、アイロン)でこの部分だけを加圧・加熱することによりネジの頭を被覆して、ネジの腐食を防止するようにしてもよい。

【0039】本発明によれば、プリプレグの積層成形により得られた熱硬化型積層樹脂板を、接着剤ではなく、熱硬化性のプリプレグを接合材とし、プリプレグ中に含まれる熱硬化性樹脂の熔融と熱硬化による接着作用を利用して接合する。樹脂板中の樹脂とプリプレグ中の樹脂を同種のものにすれば、プリプレグ中の樹脂は樹脂板によく馴染むので、高い初期接合強度を得ることができる。

【0040】しかも、接着剤を使用した場合と異なり、接合部は熱硬化型積層樹脂板と同種の材質になり、従って、同様の耐薬品性、耐熱性、機械的強度といった特性を示すので、使用中の腐食挙動は、接合部と熱硬化型積層樹脂板とでほとんど同じになる。接合部にも強化用繊維が存在するので、接合部の強度が高く、接着剤のように接合部の強度が不十分で、強い応力が接合部に加わった時に接合部が凝集破壊することもない。

【0041】例えば、熱硬化型積層樹脂板としてポリイミド系のものを使用し、接合剤のプリプレグもポリイミ

ド系のものであれば、接合部も熱硬化型積層樹脂板と同様に強腐食性の高温環境に十分に耐えるので、長期間使用しても、初期の接合強度がほとんど低下せずに保持され、接合部の腐食劣化による接合強度の低下や漏れといった現象が起こりにくい。

【0042】従って、本発明の接合方法は、腐食性の強い化学薬品の貯蔵容器や、これ进行处理する装置類の製作に適しており、特にこれまでは満足できる接合方法がなかった、熔融塩電気アルミニウムめっき(アルミニウム合金めっきを含む)に用いる電解槽の製作にも十分に適用できる。

【0043】かかる電気めっき用電解槽の1例を図4に示す。図4において、電解槽6をポリイミド系の熱硬化型積層樹脂板から本発明の接合方法により製作することができ、ノズル7もポリイミド製とすることが好ましい。さらに、密閉される上部空間の壁材も、電解槽6と同様に製作してもよい。

【0044】熔融塩電気アルミニウムめっきに使用される熔融塩は、例えば、塩化アルミニウムと塩化ナトリウムと塩化カリウムとを61:26:13(mol%)の比率で含有する。これにさらに浴温低下のために金属フッ化物を加えたり、或いはアルミニウム合金めっきのために合金元素の塩化物(または他の塩)を添加することもある。浴温(熔融塩の温度)は通常は150～300℃、例えば200℃前後であり、1m/秒前後の液速度で熔融塩を攪拌するのが普通である。

#### 【0045】

##### 【実施例】

(実施例1)市販のポリイミド系熱硬化型積層樹脂板

(日光化成社製、ニコライトNL-PIG-13、厚み2.5mm、樹脂はビスマレイミド系ポリイミド樹脂、繊維基材はガラスクロス、樹脂量約33重量%)とプリプレグ(樹脂と繊維基材は樹脂板と同じ、厚み0.25mm、樹脂量約33重量%、未硬化の樹脂の熔融温度は160℃)とを用い、本発明の方法に従って接合することにより、剪断引張試験用の平行接合試験片を作製した。

【0046】この平行接合試験片は、図5に示すように、幅30mm×長さ150mmに切断した2枚の積層樹脂板の端部を30mmの長さだけ重ね、両者の間に上記プリプレグ2枚を挟んだ後、熱プレスにより加圧下に加熱することにより作製した。接合面積は30×30mm(=9cm<sup>2</sup>)である。熱プレスは、温度と圧力を変えて行ったが、熱プレス時間は10分間に統一した。熱プレス終了後、得られた接合試験片を約1時間放冷してから、大気雰囲気下、25℃でインストロン試験機により試験片を2.0mm/分の速度で引張ることにより接合部に剪断引張応力を加え、その剪断強度(接合強度)を測定した。試験結果を表1に熱プレス条件と共に示す。

#### 【0047】

##### 【表1】

試験 No.	温 度 (℃)	圧 力 (kg/cm <sup>2</sup> )	剪断強度 (kgf/cm <sup>2</sup> )	備考
1	140	0.5	—	比較例
2	140	2.0	2.1	"
3	140	5.0	4.0	"
4	140	10.0	3.8	"
5	140	15.0	5.6	"
6	150	0.5	1.3	"
7	150	1.0	1.8	"
8	150	2.0	11.6	本発明例
9	150	5.0	16.2	"
10	150	10.0	26.6	"
11	150	15.0	26.5	"
12	150	18.0	25.2	"
13	160	1.0	5.5	比較例
14	160	5.0	21.2	本発明例
15	160	10.0	25.4	"
16	180	5.0	27.7	"
17	200	0.5	2.3	比較例
18	200	1.0	9.8	"
19	200	2.0	19.7	本発明例
20	200	3.0	34.0	"
21	200	5.0	39.6	"
22	200	10.0	42.2	"
23	200	15.0	43.5	"
24	220	5.0	39.1	"

【0048】表1からわかるように、熱プレス加熱温度がプリプレグ中の樹脂の熔融温度より低い140℃であると、圧力を高くしても接合部の剪断強度は低いままであった。これに対し、加熱温度が樹脂の熔融温度より高くなると、熱プレス中の圧力が2Kgf/cm<sup>2</sup>以上となった場合に高い剪断強度が得られ、2Kgf/cm<sup>2</sup>未満では剪断強度が低かった。剪断強度は、圧力が10 Kgf/mm<sup>2</sup>までは圧力の増加とともに増大したが、それを超えて圧力を増加させても剪断強度の増大は僅かになった。

【0049】本実施例のように、樹脂種、樹脂量および繊維基材が熱硬化型積層樹脂板と接合材のプリプレグとでほぼ同じであれば、接合部は本体と同じ耐熱性や耐薬品性を示すので、接合強度が十分であれば、接合部は本

【0050】(実施例2) 寸法以外は実施例1と同じ2枚のポリイミド系熱硬化型積層樹脂板およびプリプレグを用い、本発明の方法に従って互いに垂直方向に接合することにより、垂直引張試験用の接合試験片を作製した。

【0051】この試験片は、下記寸法の樹脂板AまたはB (Bは厚みが半分である以外は、樹脂板Aと同寸法) を使用し、同じ寸法の樹脂板2枚を、図6に示すように

T形に互いに垂直に接合することにより作製した。

樹脂板A=厚さ20mm×幅30mm×長さ100 mm、

樹脂板B=厚さ10mm×幅30mm×長さ100 mm。

【0052】このT字形の垂直接合部の寸法は板厚 (10または20 mm)×30mmであり、接合面積は3または6cm<sup>2</sup>なる。この接合部に、同じ寸法に切ったプリプレグ2枚を挟み込んでから、接合部の中心にM4ビス1個をトルクドライバでトルクを制御してネジ込み、発生した面圧を次式により算出した。

10 【0053】

$$FL = W \times de / 2 \times \tan(\alpha + \rho)$$

$$\tan \alpha = P / (\pi \times D)$$

$$\tan \rho = \mu$$

FL: ビスを回すトルク (kg-cm)

W: 軸力 (kg)

de: ビスの有効径 (cm)

P: ビスのネジピッチ (cm)

D: ビスの呼び径 (cm)

$\mu$ : ビス摩擦係数 (約0.15)

20 M4ビスの上記各パラメータの値は、呼び径Dが $\phi 0.4$  cm、有効径deが $\phi 0.3545$ cm、ピッチPが $\phi 0.07$ cm、軸力Wが $\phi 100$  kg、トルクFLが $\phi 3.68$  kg-cmである。

【0054】ネジ込みにより接合部を加圧した試験片を、200℃の焼き付け熱風炉を用いて、表2に示す時間だけ加熱することにより、垂直接合試験片を得た。得られた接合試験片からビスを抜取り、加熱終了から約1日間経過してから、大気雰囲気下25℃でインストロン試験機により試験片を2.0 mm/分の速度で引張ることにより、接合部に垂直引張応力を加え、その垂直引張強度を測定した。試験結果を表2に発生面圧および加熱時間と共に示す。

【0055】

【表2】



試験 No.	発生面圧 (kg/cm <sup>2</sup> )	加熱時間 (分)	引張強度 (kgf/cm <sup>2</sup> )	試験片 の寸法
1	0.5	10.0	測定できず	A
2	1.0	10.0	2	A
3	1.0	10.0	3	B
4	2.5	10.0	37	A
5	10.0	10.0	41	A
6	10.0	10.0	39	B
7	15.0	10.0	44	A
8	5.0	1.0	2	A
9	5.0	2.0	11	A
10	5.0	5.0	28	A
11	5.0	10.0	41	A
12	5.0	20.0	46	A
13	5.0	60.0	45	A
14	5.0	120.0	49	A
15	5.0	240.0	43	A
16	5.0	600.0	45	A
17	10.0	0.5	1	B
18	10.0	1.0	3	B
19	10.0	3.0	18	B
20	10.0	30.0	33	B
21	10.0	300.0	47	B

【0056】表2からわかるように、面圧（圧力）が2 Kg<sub>f</sub>/cm<sup>2</sup> 以上であれば、高い垂直引張強度が得られた。但し、加熱時間が1分以下と極端に短いと、樹脂が十分に熔融しないため、接合強度は著しく低くなった。加熱時間は樹脂が完全に熔融するように十分にとることが望ましい。

【0057】

【発明の効果】本発明によれば、これまでの接着剤による接合やパッキング材を介した機械的接合では、強腐食性の高温環境で接合部が劣化し易かった熱硬化型積層樹脂板に対して、かかる環境でも長期間にわたって接合部の劣化を生じないように接合することが可能となる。

【0058】その結果、例えば、熔融塩電気アルミニウムめっき用の電解槽のように、強腐食性で 100～300℃といった高温の環境に曝される場合にも使用可能な容器や装置を、熱硬化型積層樹脂板から作製することが可能となり、この樹脂板の用途が大きく拡大する。また、強腐食性環境で使用される容器や装置の耐久性が改善され、および/またはその製造コストが低減される。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係る熱硬化型積層樹脂板の接合部の構造例を示す説明図である。

【図2】本発明に係る熱硬化型積層樹脂板の接合部の別の構造例を示す説明図である。

【図3】加圧に用いた埋め込みネジを残しておく態様におけるネジ頭部の被覆方法を示す説明図である。

【図4】熔融塩電気アルミニウムめっき装置の1例を示す説明図である。

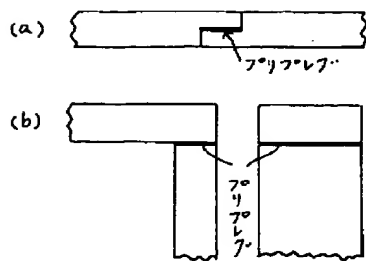
【図5】実施例で作製した剪断引張試験片の形状を示す説明図である。

【図6】実施例で作製した垂直引張試験片の形状を示す説明図である。

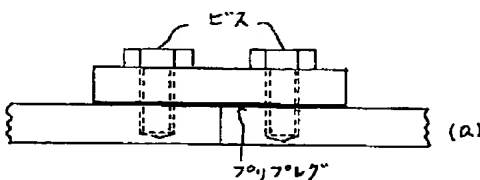
【符号の説明】

- |             |                |
|-------------|----------------|
| 1 : シールロール  | 2 : コンダクターロール  |
| 3 : 電極 [Al] | 4 : シンクロール     |
| 5 : 鋼帯      | 6 : 電解槽（めっきセル） |
| 7 : ノズル     | 8 : めっき液（熔融塩）  |

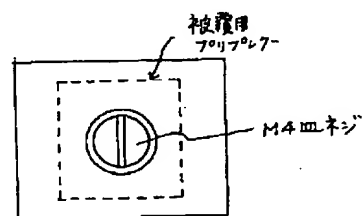
【図1】



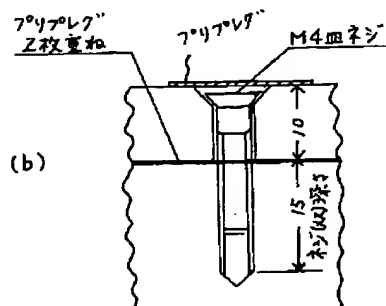
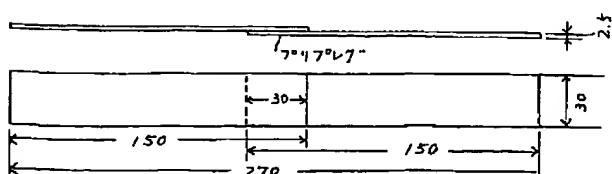
【図2】



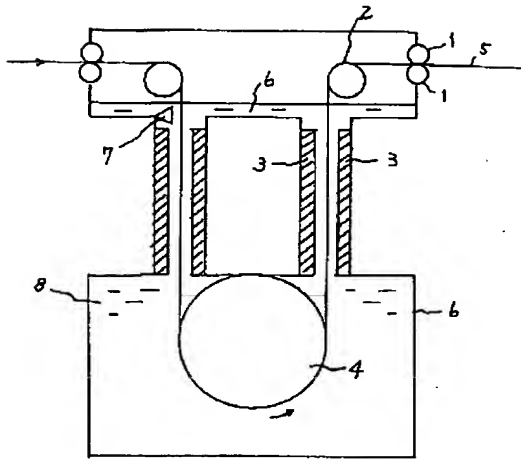
【図3】



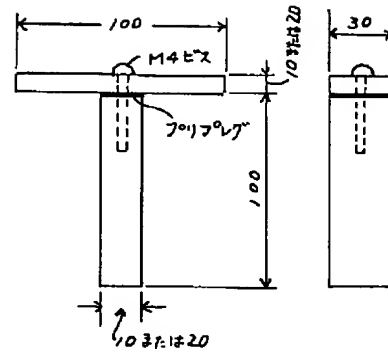
【図5】



【図4】



【図6】



フロントページの続き

(51) Int. Cl. 6

識別記号

F I

B 2 9 L 7:00

(72) 発明者 内田 淳一

大阪市中央区北浜4丁目5番33号 住友金  
属工業株式会社内